

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平3-10008

⑬ Int.Cl.<sup>5</sup>

B 22 F 9/08

識別記号

S

庁内整理番号

7511-4K

⑭ 公開 平成3年(1991)1月17日

審査請求 未請求 請求項の数 6 (全7頁)

⑮ 発明の名称 金属微粉末の製造方法及びその装置

⑯ 特 願 平1-254520

⑰ 出 願 平1(1989)9月29日

優先権主張 ⑱ 平1(1989)2月28日 ⑲ 日本(JP) ⑳ 特願 平1-47311

㉑ 発 明 者 川 村 雅 恭 東京都保谷市東町3-8-3

㉒ 発 明 者 伊 藤 洋 一 埼玉県入間郡鶴ヶ島町松ヶ丘3-6-5

㉓ 発 明 者 福 田 脩 三 東京都千代田区丸の内1丁目1番2号 日本鋼管株式会社  
内

㉔ 出 願 人 川 村 雅 恭 東京都保谷市東町3-8-3

㉕ 出 願 人 伊 藤 洋 一 埼玉県入間郡鶴ヶ島町松ヶ丘3-6-5

㉖ 出 願 人 日本鋼管株式会社 東京都千代田区丸の内1丁目1番2号

㉗ 代 理 人 弁理士 鈴 江 武 彦 外2名

最終頁に続く

明 細 書

1. 発明の名称

金属微粉末の製造方法及びその装置

2. 特許請求の範囲

(1) 金属材料を溶融させて金属融液を作る工程と、該金属融液の表面に超音波を集束させて該金属融液を微小液滴に霧化させる工程と、該微小液滴を冷却ガスをを用いて冷却凝固させる工程とを具備することを特徴とする金属微粉末の製造方法。

(2) 金属融液の表面に超音波を集束させて金属融液を微小液滴に霧化させる工程が加圧状態で行われる請求項1記載の金属微粉末の製造方法。

(3) 微小液滴を冷却凝固させた後の冷却ガスを回収し、該冷却ガスを所定温度に降温してから冷却ガスに付加する工程が、微小液滴を冷却ガスをを用いて冷却凝固させる工程の後に設けられている請求項1記載の金属微粉末の製造方法。

(4) 金属材料を保持する保持体と、該保持体に隣設され前記金属材料を加熱して金属融液を作る加熱手段と、所定の超音波を発生する超音波発生

手段と、該超音波発生手段と前記保持体間に設けられ前記超音波を前記金属融液の表面に集束させて該金属融液を微小液滴に霧化させる集束手段と、該微小液滴を冷却凝固させる冷却ガスを供給する冷却ガス供給手段とを具備することを特徴とする金属微粉末の製造装置。

(5) 金属融液に接する雰囲気ガスの圧力を所定の加圧状態に保つ加圧手段が設けられている請求項4記載の金属微粉末の製造装置。

(6) 微小液滴を冷却凝固させた後の冷却ガスを所定温度に降温してから冷却ガス供給手段に付加する冷却ガス降温手段を具備する請求項4記載の金属微粉末の製造装置。

3. 発明の詳細な説明

[産業上の利用分野]

本発明は、金属微粉末の製造方法及びその装置に関する。

[従来の技術]

従来、超音波振動を用いて金属微粉末を製造する方法及びその装置として、例えば、

特開昭58-110604号、特開昭61-295306号が開示されている。これらの従来技術について、図面を参照しながら説明する。第5図(A)、(B)はいずれも円錐状の共振器51にその上方から熔融金属52を流下させるもので、共振器51の超音波振動により霧化された熔融金属52は微小粒子53となり、冷却ガス供給管54から噴出される冷却ガス55により冷却されて金属微粉末が製造される。第6図は熔融金属62に共振器61を浸漬させるもので、これから発生する超音波振動により熔融金属62の表面から微小の金属粒子63が発生し、これが不活性雰囲気中に保持されたチャンバー64内で冷却ガス導入口65から導入される冷却ガスにより冷却され、金属微粉末が製造される。

〔発明が解決しようとする課題〕

しかしながら、上述のような従来技術は次のような問題点がある。

①共振器に流下または浸漬される熔融金属の温度は一般に高いので、熔融金属が共振器に接触す

ると、前記共振器に含まれる合金元素または不純物が熔融金属に混入し、高純度の金属微粉末が得られない。

②熔融金属の温度に耐えるため、耐熱性のあるセラミックス材料を使用すると、振動特性が悪く、所望の振動が得られない。

③共振器上に形成される熔融金属の膜厚の変動は、直接製造される金属微粉末のバラツキとなるが、前記膜厚の制御が困難である。

本発明はかかる点に鑑みてなされたものであり、高純度の金属微粉末を容易に製造することができ、金属微粉末の製造方法及びその装置を提供することを目的とする。

〔課題を解決するための手段〕

本発明は、金属材料を熔融させて金属融液を作る工程と、該金属融液の表面に超音波を集束させて該金属融液を微小液滴に霧化させる工程と、該微小液滴を冷却ガスを用いて冷却凝固させる工程とを具備することを特徴とする金属微粉末の製造方法である。ここで、金属融液の表面に超音波を

集束させて金属融液を微小液滴に霧化させる工程が加圧状態で行われることが好ましい。また、微小液滴を冷却凝固させた後の冷却ガスを回収し、該冷却ガスを所定温度に降温してから冷却ガスに付加する工程が、微小液滴を冷却ガスを用いて冷却凝固させる工程の後に設けられていることが好ましい。

また、本発明は、金属材料を保持する保持体と、該保持体に隣設され前記金属材料を加熱して金属融液を作る加熱手段と、所定の超音波を発生する超音波発生手段と、該超音波発生手段と前記保持体間に設けられ前記超音波を前記金属融液の表面に集束させて該金属融液を微小液滴に霧化させる集束手段と、該微小液滴を冷却凝固させる冷却ガスを供給する冷却ガス供給手段とを具備することを特徴とする金属微粉末の製造装置である。ここで、金属融液に接する雰囲気ガスの圧力を所定の加圧状態に保つ加圧手段が設けられていることが好ましい。また、微小液滴を冷却凝固させた後の冷却ガスを所定温度に降温してから冷却ガス供給

手段に付加する冷却ガス降温手段を具備することが好ましい。

加熱手段は、金属材料を容易に熔融して金属融液にすることができるものであればよい。このようなものとして、例えば、ヒーター、ラジアントチューブ、レーザー等が挙げられる。

また、金属材料の加熱熔融は、保持体である容器内に金属材料を入れて容器を加熱して金属材料全体を熔融するか、あるいは、金属の板、ロッド、ワイヤ等を保持体で保持し、これらの先端部のみを加熱して行う。したがって、保持体は、第4図(A)に示すような冷間ルツボ40や同図(B)に示すような保持容器41、あるいは金属の板、ロッド、ワイヤ等を直接保持するものを包含するものである。さらに、金属融液の保持体をチャンバーの上方に設けて保持体から金属融液を流下させてもよい。

超音波発生手段は、集束によって金属融液を微小液滴に霧化できるエネルギーを持つ超音波を発生できるものであればよい。このようなものとし

て、通常の高周波電源を使用する超音波発生装置が挙げられる。

また、超音波の集束手段は、金属融液表面で超音波が集中してエネルギーを高くするものを用いる。この場合、超音波を一点又は一線に集束させるものが好ましい。さらに、金属微粉末化させる際の操作時に、一点集束型と一線集束型の集束手段を組合わせて用いてもよい。

加圧手段は、超音波の伝達効率を良くする圧力状態を維持できるものであればよい。このようなものとして、例えば、金属融液の雰囲気ガス圧を直接調節によるものが挙げられる。また、雰囲気ガスを密度の高いものに置換してもよい。これらのものは装置内に直接設けてもよいし、装置とは別にパッチ式のチャンバー類を設けて装置内に接続してもよい。

冷却ガス供給手段としては、微小液滴の冷却凝固及び回収のために使用する冷却ガスを安定して装置内に供給できるものであればよい。

冷却ガス降温手段は、金属融液を霧化して得ら

れた微小液滴を冷却凝固させた際の熱を吸収した冷却ガスを効率良く所定の温度に降温するものであればよい。このようなものとして、フィン付熱交換器等が挙げられる。

#### 【作用】

本発明にかかる金属微粉末の製造方法及びその装置によれば、超音波を発生させて、その超音波の位相を揃えて金属融液表面に集束させる。そして、この超音波のエネルギーによって金属融液を微小液滴に霧化させている。したがって、超音波の共振器が金属融液と非接触であるため、霧化される金属融液へ不純物を混入させず、高純度の微粒子を製造できると共に、共振器の寿命を延ばすことができる。

また、雰囲気ガスを加圧状態に保って金属融液の霧化を行うことにより、媒体であるガスの密度を高くして、その結果、超音波の伝達効率を充分に高くすることができ、効率良く金属微粉末の製造をすることができる。

また、微小液滴の冷却凝固及び回収に使用され

た冷却ガスを所定の温度に降温して冷却ガス供給手段に付加することにより、冷却ガスを効率良く利用することができる。さらに、冷却ガスの供給量の調節が容易になるので、雰囲気温度を所定の値に保つことができる。したがって、雰囲気温度の上昇に伴って起こる超音波の位相のズレるのを防止することができ、放射超音波を常に霧化に最適なエネルギーにして金属融液の所定の表面で集束させることができる。この結果、連続して安定して、且つ、効率良く金属微粉末の製造をすることができる。

#### 【実施例】

以下、本発明の実施例について図面を参照して説明する。なお、本発明の製造方法の説明は、実施例の装置の作用の説明をもってその説明とする。  
実施例 1

第1図は、本発明の一実施例の構成を示す説明図である。

図中10は、溶融金属を保持しておく保持容器である。この保持容器10の外側には、金属材料

を溶融するためのヒーター11が設置されていて、保持容器10内には金属融液12が保持されている。この保持容器10及びヒーター11が不活性ガス雰囲気に保持されたチャンバー13の下方に設けられている。チャンバー13の上方には、超音波発生装置1が設けられている。超音波発生装置1は、チャンバー13の外側に設けられた高周波電源14、及び高周波の振動子15と、チャンバー13内に設けられた共振器17、この共振器17を囲むように設けられた超音波を集束のための放射方向変換器18と、チャンバー13と放射方向変換器18を貫挿して振動子15と共振器17間に接続された振幅拡大器16とで構成されている。

ここで、共振器17の材質は、チタン合金又はアルミニウム合金であることが好ましい。また、放射方向変換器18は、共振器17の振動子側と反振動子側で互いに逆位相であるため、この逆位相の放射音波を金属融液表面で同位相で重なることができるように設置されている。また、放射方

向変換器18は、効率良く音波を金属融液の表面に到達させるために、その反射面を放物線型に設定されている。

また、チャンバー13内と連通して冷却ガスを供給する装置19が設けられている。この装置19は、圧力検出器20と、これに基づく圧力調整弁21と、チャンバー13内に冷却ガスを流入させる圧縮機22とを有している。さらに、チャンバー13には、製造された金属微粉末を回収するための回収器23が接続されている。

次いで、このように構成された金属微粉末の製造装置の作用について説明する。

まず、高周波電源14によって超音波振動子15を振動させて振動子15に連結している共振器17を振動させる。この超音波の周波数を適当に選択することによって、金属微粉末の粒径を変えることができる。共振器17の振動によって雰囲気ガスを媒体にして超音波が放射される。この放射超音波は、金属融液12の表面で超音波を同位相にして重ねるように設置された放射方向変換

器18で金属融液12の表面に集束される。集束超音波が金属融液12の表面に作用すると、金属融液12の表面にキャピラリー波ができ、これが表面張力に打ち勝って金属融液12の表面から微小液滴24を飛上らせる。飛上がった微小液滴24は冷却ガスによって冷却凝固されるとともに、冷却ガスの流れにより回収器23に運ばれ回収される。このようにして、金属微粒子を得ることができる。

次に、本発明の効果を確認するために行った実験例について説明する。

第1図に示した装置を用いて、アルゴンガス雰囲気気を絶対圧力で1kg/cm<sup>2</sup>に保ち、周波数を20KHzに設定した共振器を振動させて、片振幅で約12ミクロンの振動を行わせたところ、金属融液の表面近傍で172dBの音圧レベルの超音波が得られた。共振器としてはチタン合金を用い、熔融金属としてアルミニウム合金を用いた。このアルミニウム合金融液表面にこの超音波を作用させた。

得られたアルミニウム合金粉末は、粒径40～100ミクロン、平均粒径70ミクロンで球状の粒子が得られた。粒子表面の酸化や、不純物元素の混入はまったくなく、極めて高純度の金属微粉末が得られた。なお、粒子の生成量は約700グラム/時間であった。

#### 実施例2

第2図は、本発明の一実施例の構成を示す説明図である。なお、実施例1の装置と重複する部分の説明は省略する。

図中13はチャンバーである。チャンバー13の側方の端部には、チャンバー13内と連通して冷却ガスを供給する冷却ガス供給装置19が設けられている。この装置19は、圧力検出器20と、これに基づく圧力調整弁21とで構成される加圧手段2とを含み、かつ、チャンバー13内に冷却ガスを流入させる圧縮機22を有している。

次いで、このように構成された金属微粉末の製造装置の作用について説明する。

まず、保持容器10に保持された金属融液12

は、ヒーター11によって金属材料の融点以上の温度に保たれている。チャンバー13内は例えば、Arガス等の不活性ガスにより不活性雰囲気中に保持されている。これによって、金属融液12の酸化あるいはその他の化学反応を防止している。また、チャンバー13内は、加圧手段2によって不活性ガス圧力を調節して、少なくとも大気圧以上の所定の加圧状態に保持する。

次に、超音波発生装置1によって超音波が金属融液12の表面に集束される。集束した超音波が金属融液12の表面に作用すると、金属融液12の表面にキャピラリー波ができ、これが表面張力に打ち勝って金属融液12の表面から微小液滴24を飛散らせる。飛散った微小液滴24は冷却ガスによって冷却凝固されると共に、冷却ガスの流れにより回収器23に運ばれ回収される。このようにして、不純物のない清浄な金属微粒子を得ることができる。

次に、本実施例の効果を確認するために行った実験例について説明する。

第2図に示した装置を用いて、アルゴンガス雰囲気下を絶対圧力で3 kg/cm<sup>2</sup>に保ち、周波数を20 KHzに設定した共振器を振動させて、片振幅で約12ミクロンの振動を行わせたところ、金属融液の表面近傍で182 dBの音圧レベルの超音波が得られた。共振器としてはチタン合金を用い、溶融金属としてアルミニウム合金を用いた。このような特性の超音波をアルミニウム合金融液表面にこの超音波を作用させて、微粉化した。

得られたアルミニウム合金粉末は、粒径40～100ミクロン、平均粒径70ミクロンで球状の粒子であった。また、粒子表面の酸化や、不純物元素の混入はまったくなく、極めて高純度の金属微粉末であった。なお、粒子の生成量は約1100グラム/時間であった。

#### 実施例3

第3図は、本発明の一実施例の金属微粉末の製造装置の構成を示す説明図である。なお、実施例1の装置と重複する部分の説明は省略する。

図中13はチャンバーである。チャンバー13

にこのようにして、操作中、常に最適なエネルギーを持つ超音波を金属融液12の表面に作用させる。これによって、金属融液12の表面にキャピラリー波ができ、これが表面張力に打ち勝って金属融液12の表面から、微小液滴24を飛上がらせる。飛上がった微小液滴24は冷却ガスによって冷却凝固されるとともに、冷却ガスの流れにより回収器23に運ばれ回収される。金属微粉末を回収した後の冷却ガスは、熱交換器25に送り込まれる。熱交換器25内で冷媒流入口25aから冷媒流出口25bに循環している冷媒で冷却される。冷却された冷却ガスは、導管26を通り冷却ガス供給装置19に送られ再利用される。このようにして、連続して安定して効率良く高純度の金属微粒子を得ることができる。

次に、本実施例の効果を確認するために行った実験例について説明する。

第3図に示した装置を用いて、アルゴンガス雰囲気下を絶対圧力で1 kg/cm<sup>2</sup>に保ち、周波数を20 KHzに設定した共振器を振動させて、片振

幅で約12ミクロンの振動を行わせたところ、金属融液の表面近傍で172 dBの音圧レベルの超音波が得られた。共振器としてはチタン合金を用い、溶融金属としてアルミニウム合金を用いた。このアルミニウム合金融液表面にこの超音波を作用させて微小液滴を発生させた。また、微小液滴の冷却凝固及び回収に使用された冷却ガスの流量及び供給温度は、180 m<sup>3</sup>/h、50℃であった。このようにして、粒径40～100ミクロン、平均粒径70ミクロンのアルミニウム合金球状の粒子を得られた。粒子表面の酸化や、不純物元素の混入はまったくなく、極めて高純度の金属微粉末が得られた。なお、粒子の生成量は、800グラム/時間であった。

次に、このように構成された金属微粉末の製造装置の作用について説明する。

超音波発生装置1によって超音波が金属融液12の表面に集束される。そして、金属融液12の表面から微小液滴24を霧化させる。霧化の際

幅で約12ミクロンの振動を行わせたところ、金属融液の表面近傍で172 dBの音圧レベルの超音波が得られた。共振器としてはチタン合金を用い、溶融金属としてアルミニウム合金を用いた。このアルミニウム合金融液表面にこの超音波を作用させて微小液滴を発生させた。また、微小液滴の冷却凝固及び回収に使用された冷却ガスの流量及び供給温度は、180 m<sup>3</sup>/h、50℃であった。

このようにして、粒径40～100ミクロン、平均粒径70ミクロンのアルミニウム合金球状の粒子を得られた。粒子表面の酸化や、不純物元素の混入はまったくなく、極めて高純度の金属微粉末が得られた。なお、粒子の生成量は、800グラム/時間であった。

#### 〔発明の効果〕

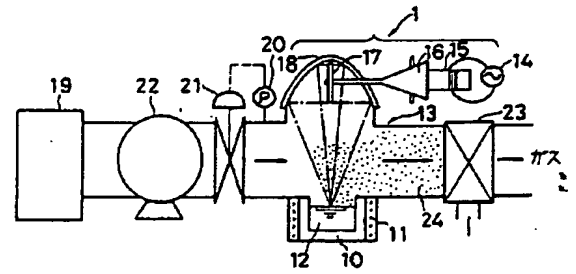
以上説明した如く、本発明にかかる金属微粉末の製造方法及びその装置によれば、高純度の金属微粉末を効率良く容易に製造することができるものである。

## 4. 図面の簡単な説明

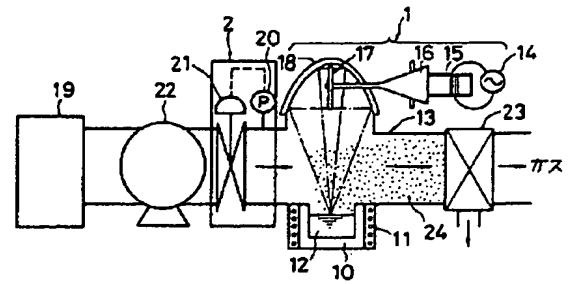
第1図、第2図、第3図は、本発明の一実施例の金属微粉末の製造装置の構成を示す説明図、第4図(A)は、冷間ルツボの説明図、第4図(B)は、金属材料の保持容器の説明図、第5図(A)、(B)は、溶融金属を共振器に流下させる従来の金属微粒子製造技術を示す説明図、第6図は、共振器を溶融金属に浸漬する従来の金属微粒子製造技術を示す説明図である。

1…超音波発生装置、2…加圧手段、10…保持容器、11…ヒーター、12…金属融液、13…チャンバー、14…高周波電源、15…振動子、16…振幅拡大器、17…共振器、18…放射方向変換器、19…冷却ガス供給装置、20…圧力換出器、21…圧力調整弁、22…圧縮機、23…回収器、24…微小液滴、25…熱交換器、25a…冷媒流入口、25b…冷媒流出口、26…導管。

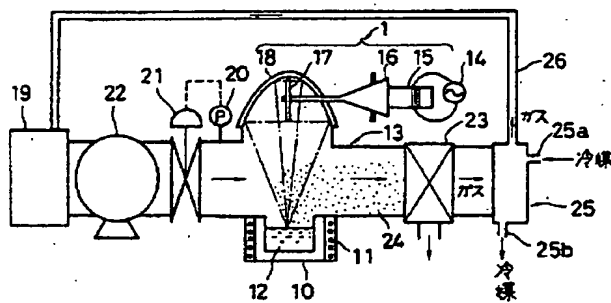
出願人代理人 弁理士 鈴江武彦



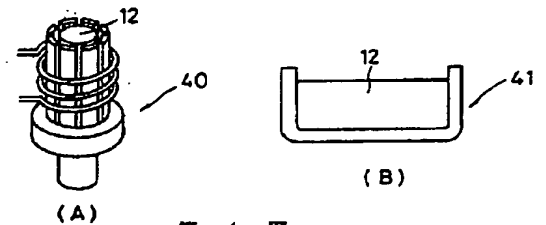
第1図



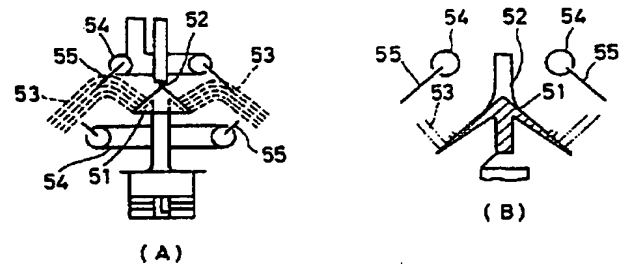
第2図



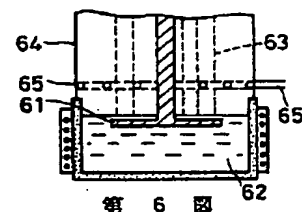
第3図



第4図



第5図



第6図

第1頁の続き

優先権主張

⑫平1(1989)3月2日⑬日本(JP)⑭特願 平1-50399

⑫平1(1989)3月31日⑬日本(JP)⑭特願 平1-78379

⑫発明者	田 頭 基 司	東京都千代田区丸の内1丁目1番2号 日本鋼管株式会社 内
⑫発明者	石 井 俊 夫	東京都千代田区丸の内1丁目1番2号 日本鋼管株式会社 内
⑫発明者	大 石 均	東京都千代田区丸の内1丁目1番2号 日本鋼管株式会社 内
⑫発明者	古 屋 茂	東京都千代田区丸の内1丁目1番2号 日本鋼管株式会社 内
⑫発明者	杉 山 峻 一	東京都千代田区丸の内1丁目1番2号 日本鋼管株式会社 内
⑫発明者	寺 本 豊 和	東京都千代田区丸の内1丁目1番2号 日本鋼管株式会社 内

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☒ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**